

DB3502

福建省厦门市地方标准

DB3502/T XXXXX—2024

固定污染源废气 低浓度颗粒物的测定 β 射线法

Stationary source emission—Determination of mass concentration of particulate matter at low concentration—Beta-ray method

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

征求意见稿

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

厦门市市场监督管理局 发布

目 次

前 言	II
1 范围	3
2 规范性引用文件	3
3 术语和定义	3
4 方法原理	3
5 干扰与消除	4
6 试剂与材料	4
7 仪器和设备	4
8 分析步骤	5
9 结果计算与表示	6
10 精密度和正确度	6
11 质量控制和质量保证	7

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由厦门市环境科学研究院提出。

本文件由厦门市生态环境局归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

固定污染源废气 低浓度颗粒物的测定 β 射线法

1 范围

本文件规定了运用 β 射线法测定固定污染源废气中低浓度颗粒物的检测方法。

本文件适用于各类锅炉、工业窑炉及其它固定污染源废气中低浓度颗粒物 ($\leq 50 \text{ mg/m}^3$) 的测定。当采样体积为 1 m^3 (标干体积) 时, 方法检出限为 0.2 mg/m^3 。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中, 注日期的引用文件, 仅该日期对应的版本适用于本文件; 不注日期的引用文件, 其最新版本 (包括所有的修改单) 适用于本文件。

GB/T 16157 固定污染源排气中颗粒物测定与气态污染物采样方法

HJ/T 48 烟尘采样器技术条件

HJ/T 397 固定源废气监测技术规范

HJ 836 固定源废气 低浓度颗粒物的测定 重量法

JJG 680 烟尘采样器检定规程

JJG 846 粉尘浓度测量仪检定规程

3 术语和定义

HJ 836界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

β 射线 beta-ray

放射性元素核衰变过程中发出的电子流。

3.2

烟道外过滤 out-stack filtration

在烟道内, 对颗粒物进行等速采样, 并将颗粒物截留在位于烟道外的过滤介质上的方法。

4 方法原理

样品气体等速通过具有加热功能的颗粒物组合式进样管, 气体中颗粒物被置于烟道外部的滤膜捕集, 用 β 射线分别照射采样前和采样后的滤膜。 β 射线通过颗粒物时会产生能量衰减, 能量衰减量与颗粒物的质量在一定范围内成正比关系, 从而计算出捕集颗粒物的质量, 通过颗粒物的质量和抽取的气体体积, 计算出废气中颗粒物浓度。 β 射线衰减量与颗粒物的质量遵循以下吸收定律:

$$N = N_0 \cdot e^{-km} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：N——单位时间内通过滤膜的β射线量；

N_0 ——单位时间内发射的β射线量；

k——单位质量吸收系数， cm^2/mg ；

m——颗粒物单位面积质量， mg/cm^2 。

颗粒物质量经如下方法测得：

步骤1：空白滤膜的测定

$$N_1 = N_0 \cdot e^{-km_0} \quad \dots\dots\dots(2)$$

步骤2：颗粒物截留后滤膜的测定

$$N_2 = N_0 \cdot e^{-k(m_0+\Delta m)} \quad \dots\dots\dots(3)$$

合并公式（2）和（3）得：

$$N_1 = N_2 \cdot e^{k\Delta m} \quad \dots\dots\dots(4)$$

或

$$\Delta m = \frac{1}{k} \ln \frac{[N_1]}{[N_2]} \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中： N_1 ——单位时间内通过空白滤膜的β射线量；

m_0 ——空白滤膜颗粒物单位面积质量， mg/cm^2 ；

N_2 ——单位时间内通过颗粒物截留后滤膜的β射线量；

Δm ——截留在滤膜的颗粒物单位面积质量， mg/cm^2 。

5 干扰与消除

烟道内湿度较大时，废气中凝结水容易在滤膜表面沉积，对本测定方法的颗粒物质量产生正干扰，因而需采用全程加热方法予以消除。

6 试剂与材料

6.1 标准膜片

由聚碳酸酯等惰性材料制成，应避光存放。

6.2 滤膜

选择玻璃纤维、石英等材质滤膜。滤膜不应吸收或与废气中的气态物质发生化学反应，在最大的采样温度下应保持热稳定；对于直径为 $0.3\mu\text{m}$ 的标准粒子，滤膜的捕集效率应大于99.5%，对于直径为 $0.6\mu\text{m}$ 的标准粒子，滤膜的捕集效率应大于99.9%。

7 仪器和设备

β射线颗粒物测定仪

仪器包含温湿度测量仪、流量控制装置、颗粒物采样装置、分析测量装置等部分组成。

7.1 温湿度测量及流量控制装置

废气中水份含量、废气温度、压力、流速测定装置应符合 GB/T 16157 中废气水份含量、温度、压力和流速测定装置的要求。

7.2 采样装置的构成

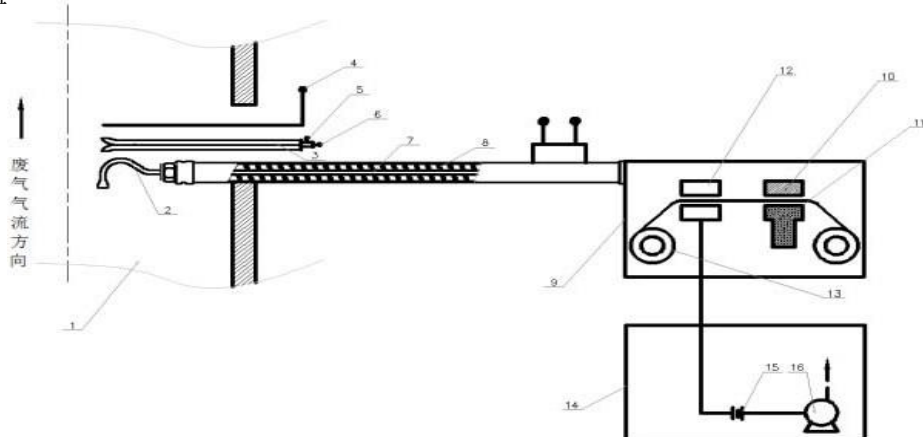
7.2.1 颗粒物采样装置应包括组合式采样管、冷却和干燥系统、抽气泵单元和气体计量系统等部分组成。组合式采样管由烟道外过滤的滤膜及固定装置代替烟道内过滤的滤筒及滤筒采样管。

7.2.2 采样管应采用钛合金等耐腐蚀、耐热材料制造，并有刻度标识。采样管应具备全程加热功能，加热温度控制在 $130^{\circ}\text{C}\pm 10^{\circ}\text{C}$ 。采样管前端应采用弯管方式，并保证采样嘴与采样管整体呈 90° 角，前弯管表面应平滑，连接节点尽可能少。为避免静电对采样装置的影响，采样装置应配有接地线。

7.2.3 采样嘴应符合 HJ 836 中 6.3.4 采样嘴的要求。

7.3 分析测量装置

分析测量装置主要由 ^{14}C 等射线源、 β 射线探测器（包括盖革计数管、光电倍增管、比例计数管等）、滤膜传送控制装置、滤膜加热装置（加热温度为 $105\pm 5^{\circ}\text{C}$ ）等组成。不同类型 β 射线分析测量装置组成可能不同。图 1 中列举了烟道外过滤颗粒物分析测量装置组成示意图。



- 1—排气筒；2—前弯管及采样嘴；3—皮托管；4—温度测量；5—静压测量；6—差压测量；7—采样管；
8—加热保温套管；9—分析测量装置；10—射线源；11—光电倍增管；12—滤膜压紧装置；13—滤膜传送控制装置；
14—抽气装置；15—流量计；16—抽气泵。

图 1 烟道外过滤颗粒物采样测量装置示意图

8 分析步骤

8.1 采样位置和采样点

采样位置、采样点、采样工况应符合 GB/T 16157、HJ/T 397 等中有关规定。

8.2 采样准备

8.2.1 检查滤膜是否存在破损或其他异常情况。

8.2.2 按照 HJ/T 48 中流量准确度的要求按照 JJG 680 对颗粒物采样装置瞬时流量和累计流量准确度进行

校准。

8.2.3 准备监测所需其他附件仪器设备、安全帽等防护设备及原始记录表等。

8.3 样品的采集和测定

8.3.1 根据现场实际测量的烟道尺寸，按 8.1 要求选择监测断面，确定采样点数目。

8.3.2 记录现场基本工况情况，清理采样孔处积灰。

8.3.3 检查采样系统是否漏气，检漏应符合 GB/T 16157 中系统现场检漏的要求。

8.3.4 按照仪器说明书要求设置采样管及滤膜加热装置的加热温度，仪器加热并达到稳定。

8.3.5 开始采样，采样步骤参见 GB/T16157 中采样步骤的要求，或按照仪器的操作方法采用微电脑平行自动采样，采样过程中采样嘴的吸气速度与测点处的气流速度应基本相等，相对误差应控制在±10% 范围内。

8.3.6 采样结束后，仪器自动测量并计算颗粒物浓度。

9 结果计算与表示

9.1 结果计算

颗粒物浓度按公式（6）计算：

$$C_{nd} = \frac{m}{V_{nd}} \times 10^6 \dots\dots\dots(6)$$

式中：

C_{nd} ——颗粒物浓度， mg/m^3 ；

m ——滤膜上捕集的颗粒物量， g ；

V_{nd} ——标准状态下干采气体积， L 。

9.2 结果表示

颗粒物的浓度结果应保留到小数点后一位，当结果大于 $50 \text{ mg}/\text{m}^3$ 时，表述为“ $>50 \text{ mg}/\text{m}^3$ ”。

10 精密度和正确度

10.1 精密度

10.1.1 六家验证实验室对 3 个不同浓度（ $3 \text{ mg}/\text{m}^3$ 、 $25 \text{ mg}/\text{m}^3$ 、 $40 \text{ mg}/\text{m}^3$ ）的标准膜片进行测定，平行测定 6 次：

——实验室内相对标准偏差分别为：3.1%~7.2%，1.7%~6.6%，2.5%~4.5%

——实验室间相对标准偏差分别为：4.2%，4.6%，2.8%；

——重复性限分别为：0.49 mg/m^3 ，2.87 mg/m^3 ，4.31 mg/m^3

——再现性限分别为：0.55mg/m³，3.25mg/m³，4.01mg/m³。

10.1.2 六家验证实验室分别对含颗粒物浓度为 3.5mg/m³~4.9 mg/m³、11.1mg/m³~12.5mg/m³、24.0 mg/m³~28.2mg/m³ 的某焦化厂焦炉、某发电厂燃煤锅炉、某钢铁厂烧结机排放烟气中实际样品进行了 6 次重复测定：

——实验室内相对标准偏差分别为：5.5%~9.9%，3.9%~7.2%，1.7%~4.9%；

——实验室间相对标准偏差分别为：1.7%，8.2%，2.4%；

——重复性限分别为：2.35 mg/m³，0.92 mg/m³，1.7 mg/m³；

——再现性限分别为：2.47 mg/m³，1.35mg/m³，1.74 mg/m³。

10.2 准确度

六家实验室对 3 个不同浓度（3mg/m³、25mg/m³、40mg/m³）标准膜片分别进行了 6 次重复测定，相对误差为-6.1%~1.7%，-7.6%~3.6%，-4.5%~0.3%。

11 质量控制和质量保证

11.1 现场采样的质量保证措施应符合 HJ/T 397 中现场采样质量保证措施的要求。

11.2 样品采集时应保证每个样品的标准状态下干烟气采样体积不小于 1 m³或颗粒物质量增重不小于 1 mg。

11.3 采样后截留在滤膜上的颗粒物斑点面积应不大于放射源和探测器在发送与接收射线时的有效面积，保证截留在滤膜上的颗粒物全部在 β 射线的照射范围之内。

11.4 每次测试前应使用标准膜片对仪器进行检查，检查结果与标准膜片的标称值误差应在±5% 范围内。否则，应对仪器进行校准维护直至正常后方可使用。

11.5 对于组合式采样管皮托管系数，应保证每年校准一次；当皮托管外形发生明显变化时，应及时检查校准或更换。

11.6 仪器使用期间，应根据使用频次定期对仪器烟尘浓度按照说明书进行校准或者按照 JJG 846 进行检定。

11.7 应定期检查标准膜片、如发现膜片表面有灰尘等，应用无水乙醇清洗膜片表面至清洁后使用；如膜片表面出现破损、变色等，应及时更换标准膜片。